

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—21445

⑤ Int. Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	⑬ 公開 昭和57年(1982)2月4日
C 08 L 29/14		7823—4 J	
C 08 K 5/06	CAM		発明の数 1
// C 03 C 27/12		7344—4 G	審査請求 未請求
C 09 J 3/14		7016—4 J	

(全 9 頁)

⑭ ポリビニルブチラール組成物

州19317チャズフオード・ペイ

⑯ 特 願 昭56—80241

Applicant E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

⑰ 出 願 昭56(1981)5月28日

⑱ 出 願 人 イー・アイ・デュポン・デ・ニ

優先権主張 ⑲ 1980年5月30日 ⑳ 米国(US)

モアス・アンド・カンパニー

Claiming Priority

⑳ 154852

アメリカ合衆国デラウェア州ウ

イルミントン・マーケットスト

リート1007

㉑ 発 明 者 ペーター・アラン・フオウエル

㉒ 代 理 人 弁理士 小田島平吉 外1名

アメリカ合衆国ペンシルベニア

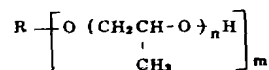
明 細 書

1 (発 明 の 名 称)

ポリビニルブチラール組成物

2 (特 許 請 求 の 範 囲)

1. ビニルアルコールとして計算して約15乃至30重量%のヒドロキシル含有率を有するポリビニルブチラール、および、このものと相溶し得る、樹脂100重量部あたり約10乃至70重量部の少なくとも1種の下記の一般式



式中、Rは1乃至14個の炭素原子から成る線型または分枝状の脂肪族、脂環式、芳香脂肪族、芳香族、アルコキシアルキルまたは複素環式基であり、nは1乃至30の整数であつて約1乃至20の平均値を有し、そしてmは1乃至3の整数である、

で表わされるプロピレンオキシドオリゴマーから成る、可塑化されたポリビニルブチラール組成物。

2. mが3であり、Rがトリメチロールプロパンから誘導され、重量平均対数平均分子量の比が約1.2より小であり、ポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率が22より小か或いはこれに等しく、そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$375 - 10X - \left(\frac{Y}{18}\right)^{1.1}$$

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率でありYはオリゴマーの平均分子量である、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

3. nが3であり、Rがトリメチロールプロパンから誘導され、重量平均対数平均分子量の比が約1.2より小であり、ポリビニルブチラールのヒ

ドロキシル含有率が22より大か或いはこれに等しく、そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$243 - 10X - \left(\frac{Y}{18}\right)^{1.1}$$

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率でありYはオリゴマーの平均分子量である、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

4. nが2であり、Rがプロピレングリコールから誘導され、重量平均対数平均分子量の比が約1.2より小であり、そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$420 - 10X - \left(\frac{Y}{12}\right)^{1.1}$$

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率でありYはオリゴマーの平均分子量である、

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率でありYはオリゴマーの平均分子量である、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

7. mが1であり、Rがトリデシルであり、重量平均対数平均分子量が約1.2より小であり、そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$420 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$$

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率であり、Yは可塑剤の平均分子量である、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

8. nが1であり、Rがエチルヘキシルであり、重量平均対数平均分子量が約1.2より小であり、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

5. mが1であり、Rがメチルであり、重量平均対数平均分子量の比が約1.2より小であり、そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$485 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$$

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率でありYはオリゴマーの平均分子量である、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

6. mが1であり、Rがブチルであり、重量平均対数平均分子量が約1.2より小であり、そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$440 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$$

そして100部あたりの部で表わした最高可塑剤濃度が下記式

$$430 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$$

式中、Xはポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率であり、Yはオリゴマーの平均分子量である、

で決定されることから成る、特許請求の範囲第1項記載の可塑化された組成物。

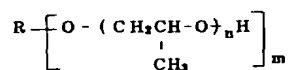
3 [発明の詳細な説明]

ポリビニルブチラールは一層または多層のガラスと組み合わせて破壊に対して抵抗力のある複合材を提供するのに広く使用される。ポリビニルブチラールは、典型的には、引き続いたの取り扱いおよび仕様の要求に満足な機械的特性の釣合を提供する可塑剤を含有する。多くの異なる可塑剤がポリビニルブチラールと組み合わせて使用することを以前に提案されてきた一方で、顕著な仕様特性、

低コストおよび広い範囲のガラス材料への適用性を兼備する可塑剤の発見に向けて継続的な努力が払われてきた。

本発明は、プロピレンオキシドオリゴマー類で可塑化された、改善されたポリビニルブチラールシート材を提供する。

特定のには、本発明は、ビニルアルコールとして計算して約15乃至30重量%のヒドロキシル含有率を有するポリビニルブチラール、および、このものと相溶し得る、樹脂100重量部あたり約10乃至70重量部(pph)の少なくとも1種の下記の一般式



式中、Rは1乃至14個の炭素原子から成る線型または分枝状の脂肪族、脂環式、芳香脂肪族、芳香族、アルコキシアルキルまたは複

この反応は高められた温度好ましくは溶媒の還流温度で行なう必要がある。カリウム金属は最初に溶媒へ微しく攪拌しながら加える。金属が融かされ、よく分散された時に、溶媒の追加量とともにアルコールを加える。生成する混合物をカリウムの全てが反応するまで還流下で次に加熱し、そして次に室温まで冷やす。溶媒を次に減圧下で除去して望みのカリウム塩をワックス状の固体の形で残すことができる。

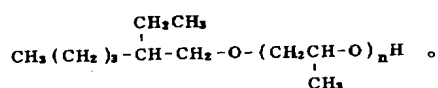
2-エチルヘキサノールのカリウム塩は、50乃至100℃の程やかに高められた温度でプロピレンオキシドと直接反応させてオリゴマーを生成することができる。生成物は希塩酸、飽和重炭酸ナトリウム溶液および塩水で洗浄することによつて精製し得る。最終生成物は室温で無色乃至淡黄色の液体である。

本発明は、また、広い種類の公知のプロピレン

系環式基であり、nは1乃至30の整数であつて約1乃至20の平均値を有し、そしてmは1乃至3の整数である、

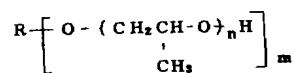
で表わされるプロピレンオキシドオリゴマーから成る、改善された可塑化ポリビニルブチラール組成物を提供する。

本発明は、2-エチルヘキサノールのプロピレンオキシドオリゴマーがポリビニルブチラール用の可塑剤として殊に好適であるとの発見に基づく。この組成物は次の一般式を有する



これらの組成物は、初めに2-エチルヘキサノールのカリウム塩を作ることによつて製造し得る。塩は、アルコールをカリウム金属およびテトラヒドロフランの如き適当な溶媒と、窒素の如き不活性雰囲気中で化合させることにより製造し得る。

オキシドオリゴマーがポリビニルブチラール用の可塑剤としてすばらしく好適であるとの発見にも基づく。これらのオリゴマーは下記式



式中、Rは1乃至14個の炭素原子から成る線型または分枝状の脂肪族、脂環式、芳香脂肪族、芳香族、アルコキシアルキルまたは複素環式基であり、nは1乃至30の整数であつて平均1乃至20であり、そしてmは1乃至3の整数である、

で表わすことができる。

本分野に熟達した人には認識される如く、上記の式の特定のプロピレンオキシドオリゴマーの構造において数多くの変種のものが観測されよう。「n」で示された、プロピレンオキシドから誘導される単位の数は、一つのオリゴマーの中で一つ

の分子から他のものへと、そして「 m 」が2または3である時は単一の分子内であつてさえも、変化し得る。更に、少量のプロピレンオキシド単位、例えば約15%までのものは、化合物の基本的な特性を変えることなく、エチレンオキシド単位で置換し得る。更に、プロピレンオキシド単位中の小さな数のメチル基は、式中に示した位置と逆の分子位置に存在し得る。

このプロピレンオキシドオリゴマーの平均分子量は一般に約300乃至2500である。300以下の平均分子量を有するオリゴマーは過剰な揮発性を示す。2500を超す分子量は一般に不適合性をもたらす。

オリゴマー中に用いられる特定のR基は広く変化し得る。モノオール類に基づくオリゴマーに殊に有用な代表的R基には、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、

剛は、適合し得る混和物を生ずる量で存在する。ポリビニルブチラールに加えることのできる可塑剤の量は、特定の使用されたオリゴマーだけではなくポリビニルブチラールの残留ヒドロキシル含有率にも従つて変化する。一般に、約10pphより小の可塑剤では実質的な可塑化効果は全く提供されないが、一方、70pphを超す濃度では、満足できない構造上の無欠性しか生じない。この範囲内で、可塑剤の最高濃度は、特定の化合物がポリビニルブチラールと不適合となる濃度によつて決定されよう。

本分野に熟達した人には認識される如く、可塑剤の不適合性によつて、殊により高分子量の可塑剤を用いる場合は、ポリビニルブチラールシート材中にくもりが引き起され、そしてフィルムの粘着性の減少をひき起す。不適合性は仕上げられたフィルムの表面からの可塑剤のしみ出しによつて

sec-ブチル、t-ブチル、sec-カプリル、シクロヘキシル、テトラヒドロフルフリル、ベンジル、デシル、ドデシル、トリデシル、フェニル、およびこれらの基のアルコキシおよびエステル置換誘導体がある。ジオール類に基づくオリゴマーに殊に有用な代表的R基には、エチレングリコール、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ヘキシレングリコールおよびシクロヘキサジメタノールから誘導されるものがある。トリオール類に基づくオリゴマーに殊に有用な代表的R基には、グリセリン、トリメチロールメタンおよびトリメチロールプロパンから誘導されるものがある。

プロピレンオキシドオリゴマーは、他の可塑剤に対して適用し得る技術のうちで典型的なものをを用いて、可塑剤としてポリビニルブチラールの中へ混合される。ポリビニルブチラールおよび可塑

もまた示される。しかし、一般に、100重量部あたりの重量部数で表わした可塑剤の最高適合濃度は、次の指針に従つて決定し得る。これらの指針は、狭い分子量分布を有するオリゴマー、即ち重量平均分子量対数平均分子量の比が約1.2より小であるオリゴマーに適用される。より広い分子量分布を有するオリゴマーの最高適合濃度は、本分野に熟達した人には容易に決定し得る。

本発明に従つてトリオールに基づく可塑剤を使用する時、即ち $m=3$ であつてRがトリメチロールプロパンから誘導される時は、室温および90%より小の相対湿度における、100部あたりの部で表わした最高濃度は、次の式で決定し得る。ポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率が22より小或いは等しい時は、最高濃度は

$$375 - 10X - \left(\frac{Y}{18}\right)^{1.1}$$

となる。

ポリビニルブチラールのヒドロキシル含有率が
22より大或いは等しい時は、最高濃度は

$$243 - 4X - \left(\frac{Y}{18}\right)^{1.1}$$

となり、両式中、Xは、その中へ可塑剤が混合さ
れるポリビニルブチラールの、ビニルアルコール
として計算した重量%で表わすヒドロキシル含有
率であり、Yはオリゴマーの平均分子量である。

可塑剤がジオールに基づく時、即ちmが2でR
がプロピレングリコールから誘導される時は、最
高適合濃度は次の式で決定することができる。

$$420 - 10 - \left(\frac{Y}{12}\right)^{1.1}$$

式中、XおよびYは上記と同じ意味を有する。

モノアルコールに基づくプロピレノキシドオリ
ゴマー、即ちmが1である時の最高適合可塑剤
濃度は、オリゴマーのR基の中の炭素原子の数お
よび配位とともに変化する。最高適合可塑剤濃度
を計算する代表的な式は次のようである：

ルに使用される他の可塑剤とも両立し得る。

可塑化させたポリビニルブチラールシート材は、
本分野で一般的に使用されており、また例えば米
国特許第2,293,656号、同3,838,091号
および同4,107,366号に例示されている手順
に従つて、一層またはそれ以上の層のガラス材料
に積層させることができる。本発明の殊に驚くべ
き利点は、生成する可塑化剤ポリビニルブチラ
ールシート材がガラスとばかりではなくポリメチ
ルメタクリレートおよびポリカーボネートシート材
とも使用し得る点である。この点は、プラスチック材料と望ましくない相互作用をひき起す傾向の
ある、本分野で以前使用された多くのポリビニ
ルブチラール可塑剤と際立つた対照関係にある。

本発明を次の特定のな実施例で更に例示するが、
その中で、即ちおよび等は他に指示がなければ重量
基準のものである。実施例中で、各プロピレノ

R	最高適合濃度
メチル	$485 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$
ブチル	$440 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$
エチルヘキシル	$430 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$
トリデシル	$420 - 10X - \left(\frac{Y}{6}\right)^{1.1}$

一般に上記の諸式によつて示される濃度は、可
塑剤の5 pph以内の最高適合濃度を表わす。

本発明のプロピレノキシドオリゴマーはポリ
ビニルブチラールの顕著な可塑化を提供する。本
発明の組成物は広い範囲のヒドロキシル含有率に
亘つてポリビニルブチラールと両立でき、そして
優秀な寸法安定性、引張強度およびステイフネス
を有するシート材を提供することが見出された。
その上、本発明の可塑剤は、テトラエチレングリ
コールジ-n-ヘプタノエート(4G7)のみな
らずトリエチレングリコールジ-2-エチルブチ
ラート(3GH)を含めて、ポリビニルブチラ

キシドオリゴマー分子中のnは1乃至30であり、
平均約1乃至20である。

これらの実施例の中では次の試験および手順を
使用した：

PVB残留ヒドロキシル(VAとしての重量%)
：ASTM D1396。

引張強度：試料を23±2℃および50±5%
RHのかわりに20.6±.6℃および23.5±2
%RHでコンディショニングしそして操作する
ASTM D1708。

5%正割率：試料を23±2℃および50±5
%RHのかわりに20.6±.6℃および23.5±
RHでコンディショニングしそして操作するAS
TM D882。

げんこつによる破壊：SAE J1208。

平均破壊高さ：米国特許第3,718,516号記
載のZ2&4の一水準試験のかわりに平均破壊高

さを決定するための橋接法を用いるANSI Z 2 6 1。

端安定性: ANSI Z 2 6 1。

クリープ(伸び%) : 名目0.03インチ(0.76 mm)の厚さの試験シート材料を $68 \pm 2^\circ\text{F}$ ($20.0 \pm 1.1^\circ\text{C}$)で4時間コンディショニングする。試料を次に 0.75×4 インチ(1.9×10.2 cm)に型で切出し、印をつけ、そして $65 \pm 2^\circ\text{C}$ の試験オーブンの中へ1時間止めておく。各試験片に10 psi (69 kPa)の負荷をかけ、伸びを30分で測定する。結果は、試験後のゲージ長さを最初のゲージ長さで割ってそして100倍することによって算出する。

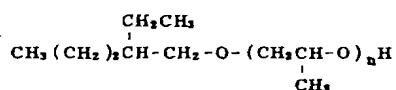
実施例1

カリウム金属(5.58 g、0.143モル)を乾燥テトラヒドロフランの中へ窒素雰囲気で入れた。この混合物を激しく攪拌しながら還流温度まで加

熱した。カリウムが融けてよく分散された時に、乾燥テトラヒドロフラン50 ml中の2-エチルヘキサノール(18.5 g、22.3 ml、0.143モル)をゆつくり加えた。この混合物を全てのカリウムが反応してしまうまで還流温度に保持した。この混合物を次に室温まで冷やし、溶媒を減圧下で除去して2-エチルヘキサノールのカリウム塩と同定されるワックス状の固体を残した。

固体のカリウム塩をプロピレンオキシド(5.8 g、70 ml、1.0モル)に溶かし、その溶液を窒素のもとでステンレス鋼ライニング圧力容器の中へ移送した。管を閉じて 70° に1時間加熱し続いて 90° で6時間加熱した。容器の内容物をエーテル250 mlに吸収させこのエーテル溶液を希塩酸2乃至100 ml分、飽和重炭酸ナトリウム2乃至100 ml分および塩水2乃至100 ml分で続けて洗浄した。エーテル層を硫酸マグネシウム上で乾

燥させた。この混合物をろ過し溶媒を減圧下で除去して淡黄色の液体6.9 g (92%)を生成させた。実測の平均分子量(ヒドロキシル価) - 400。この生成物は下記式



式中、nは平均値約4.7を有する、を有する2-エチルヘキサノールのプロピレンオキシドオリゴマーと同定された。

実施例2

ポリビニルアルコールとして計算して22.8重量%のヒドロキシル含有率のポリビニルブチラール(PVB)薄片4.0 gを、その中でRがプロピレングリコールの誘導体である、BASF Wyandotteからプラコール(Pluracol) P-1010として市販で入手し得る平均分子量約1025のプロピレンオキシドジオール2.0 g

(50 pph)とビーカーの中で混合した。数分後、軟化されたPVB薄片を実験室用の水圧プレス中で 140°C で4分間プレスし3000 psiで仕上げた。フィルムを小片に裁断しそしてより良く混合するためにプレスを数回くり返した。フィルムの表面に目に見える可塑剤は残存しない透明な可塑化されたフィルムが生成した。フィルムを閉じた100 mlのジャーの中に放置した所、約25℃および90%以下の相対湿度で10以上の期間に亘って、しみ出しは全く観察されなかつた。

比較例A

2.0ではなくて3.0 gのプロピレングリオールを使用した点以外は実施例2の一般手順をくり返した。混合物を粘着を避けるためにフルオロカーボンシートの間で 140° でプレスし3000 psiで仕上げた。この工程を3回くり返した。可塑剤の玉が貯蔵後にしみ出したが、これは可塑剤の量が

適合性の限界を超えたことを確言する。

実施例 3

ヒドロキシル含有率約 19.0% の PVB 4.0 g を、その中で R がトリメチロールプロパンの誘導体である、BASF Wyandotte からプラコール (Pluracol) TP 1540 として市販で入手し得る、平均分子量約 1500 のプロピレンオキシドトリオール 1.8 g (45 pph) と、乾式配合により混合した。この混合物を粘着を避けるためにフルオロカーボンシートの間で 160° でプレスし 3000 psi で仕上げた。このシートを裁断し 3 回再プレスした。貯蔵後もしみ出た可塑剤は全く観測されなかつた。

実施例 4

可塑剤の組み合わせを用いて実施例 2 の手順をくり返した。PVB 4.0 g をその中で R がプロピレングリコールの誘導体である分子量約 425 のブ

均分子量約 400 のブチルエーテル末端モノオール (ジェファーズンケミカルカンパニー (Jefferson Chemical Company) から OL-65 として市販で入手し得る) 50 pph を用いて実施例 2 の一般手順をくり返した。この水準は適合性であつた。

実施例 7

平均分子量約 425 の市販で入手し得るプロピレンオキシドジオール (BASF Wyandotte からのプラコール (Pluracol) P410) およびポリビニルブチラールを、20:1 の L/D 比を有する 83 mm ツインスクリーユ型のウエルナーアンドフライドラー (Werner and Pfleiderer) 吐出押出成型器に加えた。使用した PVB は約 23% のヒドロキシル含有率を有した。ジオール/PVB 比は 31/69 (約 45 pph) であつた。使用した押出成型条件は、如何なる湿分をも除去すべく、スクリーユ速度 90 rpm、押出成型器の

ロピレンオキシドジオール 0.75 g および TP 1540 トリオール 0.75 g と混合した。この場合、貯蔵後にしみ出た可塑剤が全く存在しない透明なフィルムが得られた。

比較例 B

ヒドロキシル含有率 22.8% の PVB 4.0 g および TP 1540 トリオール可塑剤 1.6 g (40 pph) を用いて実施例 4 の一般手順をくり返した。可塑剤の玉がしみ出し、可塑剤の量が適合性の限界を超えていることを確言した。

実施例 5

使用する可塑剤を平均分子量約 700 のメチルエーテル末端モノオール 45 pph とした点以外は実施例 2 の一般手順をくり返した。優秀な可塑性および適合性が得られた。

実施例 6

ヒドロキシル含有率 22.8% の PVB および平

出口の融生物温度 200°C、および吐出位置で ^{マグネシウムを}20 インチ Hg 真空とした。80 ppm の ^{マグネシウム}マグネシウム 2-エチル-ブチラートとして融成物に固着抑制剤として加えた。ギャポンプを使用して融成物を押出成型器からシート型へ移送した (全て 200°C において)。全滞留時間を約 14 分とした。幅 30 インチの 30 乃至 32 ミルのシートを型から 20°C の水槽の中へ押し出し成型し融成物を固化させた。シートを次に風乾させ、NaHCO₃ の粉をまぶして芯の上へ巻き上げた。

積層体は、このシートから、初めに NaHCO₃ を洗い去り、22% RH/72°F で 8 時間コンディショニングし、そして 350 ppm の CaCl₂ を含有する水の中で洗ったガラスに積層させることによつて製造した。積層化の条件は 120 psi の圧力で 135°C で 9 分間である。機械的特性は次の如く決定された:

ステイフネス—5%正割率 460 psi
 平均破壊高さ 3 ft./0°F; 15 ft./
 (5 lb. ボール) 72°F; 10 ft./100°F
 端のくもり 14/64"/2週間;
 (USAS 2.26) 19/64"/4週間

実施例 8

使用した可塑剤を本発明で特定化した一般式の、式中 R がブチルであり、m が 1 でありそして平均分子量が約 400 である市販で入手し得るオリゴマーとした点以外は実施例 7 の一般手順をくり返した。オリゴマー対 PVB の比は 32/68 或いは 100 部あたり 47 部とした。更に、40 ppm だけマグネシウム 2-エチルブチラートを添加した。

実施例 7 記載の如く積層体を製造し試験した。次の機械的特性が測定された。

引張強度 3960 psi
 ステイフネス—5%正割率 440 psi

げんこつによる破壊 7
 平均破壊高さ 11.8 ft./0°F;
 (5 lb. ボール) 18.2 ft./72°F;
 10.5 ft./100°F

実施例 10 乃至 20

次の表に示された m 単位、R 基、分子量、濃度、および PVB ヒドロキシル含有率を有するオリゴマーを用いて実施例 2 の一般手順をくり返した：

実施例	m	R	M. W.	濃度 (pph)	PVB OH
10	1	t-ブチル	435	45	228%
11	1	シクロヘキシル	377	45	228%
12	1	エチル	524	43	228%
13	1	トリデシル	479	43	228%
14	1	ヘキシル	481	50	228%
15	3	グリセロールから誘導	730	50	248
16	1	エチル	524	40	272
17	1	ベンジル	524	50	228

クリープ 26%
 げんこつによる破壊 8
 平均破壊高さ 8 ft./0°F;
 (5 lb. ボール) 19.5 ft./72°F;
 10.8 ft./100°F

実施例 9

使用した可塑剤を本発明で特定化した一般式の、式中 R がエチルヘキシルであり m が 1 でありそして平均分子量が約 425 であるオリゴマーとした点以外は実施例 7 の一般手順をくり返した。オリゴマー対 PVB の比は 33/67、或いは 49 pph とした。マグネシウム 2-エチルブチラートのかわりにギ酸カリウムを固着抑制剤として使用した。

実施例 7 記載の如く積層体を製造しそして試験した。次の機械的特性が測定された。

引張強度 4054 psi
 ステイフネス 982 psi

実施例	m	R	M. W.	濃度 (pph)	PVB OH
18	1	フェニル ca.	500	50	228
19	1	ブトキシエチル ca.	500	50	228
20	1	テトラヒドロフルフリル	464	50	228

可塑剤は、各場合とも、示された濃度では適合性であり、顕著な可塑化特性を提供した。

実施例 21

100 あたり 48 部の平均分子量約 425 のエチルヘキシル末端モノオールを用いて実施例 2 の一般手順をくり返す。優秀な可塑化および適合性が得られた。

約 0.25 乃至 0.30 ミルの厚さを有する可塑化された PVB のシートから積層体を製造した。このシート材を 2 層のレキサン (Lexan) ポリカーボネートの間に 140°C および 500 psi の圧力でプレスすることによって積層させた。積層体は

製造時透明であり、環境条件で5日後も透明のままであつた。

比較例C

中間層に使用する可塑剤を100部あたり45部のテトラエチレングリコールジ(2-エチルブチラート)とした点以外は実施例21の一般手順をくり返した。積層体の製造時に明らかなくもりが見られた。

実施例22乃至25

本発明のプロピレングリコールオリゴマーを引き伸ばしたポリカーボネートシート材と接触させて、ひび割れに及ぼす影響を試験した。これらの実施例では^の厚さを有するレキサン(Lexan)ポリカーボネートシート材^の1"×4"の細片をオリゴマー数滴でコーティングした。実施例22乃至25で使用したオリゴマーは、夫々、平均分子量425のエチルヘキシルモノオール、分子量400

を有するトリメチロールプロパンの誘導体から製造したトリオール、1025の分子量を有するプロピレングリコールの誘導体から製造したジオール、およびブチルR基および平均分子量400を有するモノオールとした。

コーティングして1時間後、各細片を80°の曲線まで手で曲げた。次にシート材の表面に刻み目をつけ、その細片を30分後に再び曲げた。各場合、ひび割れは全く見られなかつた。

比較例D、EおよびF

実施例22乃至25のオリゴマーのかわりに実質的にジヘキシルアジペート、トリエチレングリコールジ(2-エチルブチラート、およびテトラエチレングリコールジ-ローヘプタノエートから成る可塑剤を用いて、実施例22乃至25の一般手順をくり返した。各場合、その可塑剤組成物によるコーティングは、甚だしいくもり、ひび割れ

および破砕をひき起した。

特許出願人 イー・アイ・デュボン・デ・ニモアス・アンド・カンパニー

代理人 井理士 小田島 平 吉
外1名

